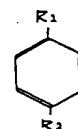


(54) HAIR DYE

(11) 61-53211 (A) (43) 17.3.1986 (19) JP
 (21) Appl. No. 59-174523 (22) 21.8.1984
 (71) KANEBO LTD (72) HIROSHI KANAYAMA(2)
 (51) Int. Cl. A61K7/13

PURPOSE: A hair dye that contains a specific aromatic alcohol, xanthane gum, hydroxyethylcellulose, acid dyes, acid and a specific amount of water, thus enabling the hairs to be dyed evenly in a short time with high color fastness.

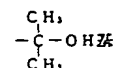
CONSTITUTION: The objective hair dye contains (A) a compound of formula I [R_1 is H, methyl, methoxy; R_2 is $(CH_2)_nOH$ (n is 1, 2, 3), formula II ~ formula V, $CH=CHCH_2OH$, OCH_2CH_2OH], (B) xanthane gum, (C) hydroxyethylcellulose, (D) acid dyes (tar dye), (E) acid and (F) water where the amount of (A) is 1.5~79.2wt% based on the total composition weight, (B) is 0.5~3.5wt%, (C) is 0.1~3.0wt%, (D) is 0.01~20wt%, (E) is a quantity which is needed to keep the composition at a pH of 1.2~4.0 and (F) is 10.0~97wt%. Further, the weight ratio of A/F is set to 3/97~80/20, preferably 5/95~60/40. The time necessary for dyeing can be shortened.



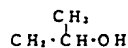
I



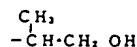
II



III



IV



V

(54) PRODUCTION OF SOLIDIFIED HYDROCARBON COMPOSITION

(11) 61-53212 (A) (43) 17.3.1986 (19) JP
 (21) Appl. No. 59-174168 (22) 23.8.1984
 (71) JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD(1) (72) SEIJI AOTANI(1)
 (51) Int. Cl. A61K7/46

PURPOSE: An alkali or alkaline earth metal salt of stearic acid is added to a composition consisting of hydrocarbons and 12-hydroxystearic acid, dissolved with heat, cast and solidified by cooling to give a solid product of high melting point.

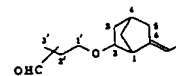
CONSTITUTION: 100pts.wt. of a composition containing hydrocarbons such as petroleum fractions, terpenes or plant essential oil and 12-hydroxystearic acid (hydrogenated castor oil fatty acid as a solidification agent) are combined with 0.2~5pts.wt., preferably 0.5~3pts.wt. of an alkali metal salt or alkaline earth metal salt or ammonium salt of stearic acid and/or 12-hydroxystearic acid as an improver for heat resistance, heated at 60~80°C for dissolution, cast in a mold, stood at 20~35°C for solidification to give the objective solidified hydrocarbon. The solid product is suitably used as a solid fragrance or a base for a coating stick.

(54) PERFUME COMPOSITION AND ITS PRODUCTION

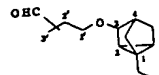
(11) 61-53213 (A) (43) 17.3.1986 (19) JP
 (21) Appl. No. 59-174748 (22) 22.8.1984
 (71) KAO CORP (72) YOSHIAKI FUJIKURA(3)
 (51) Int. Cl. A61K7/46

PURPOSE: The perfume composition that contains 2-(2'-formylpropoxy)-6-ethylidenebicyclo[2,2,1]heptane, thus having aldehyde-like smell such as green, herbal and spicy smells.

CONSTITUTION: The objective composition contains 2-[2'(or 3')-formylpropoxy]-6-ethylidenebicyclo[2,2,1]heptane of formula I and/or 1-ethyl-3-[2'(or 3')-formylpropoxy]tricyclo[2,2,1,0^{2,6}]heptane. The compound of formula I is obtained by reaction between a mixture of 2-allyloxy-6-ethylidenebicyclo[2,2,1]heptane of formula IV and 1-ethyl-3-allyloxytricyclo[2,2,1,0^{2,6}]heptane of formula V, which is obtained by addition reaction of allyl alcohol to ethylidene bicycloheptane of formula III in the presence of a strong acid, carbon monoxide and hydrogen in the presence of a rhodium catalyst and a tertiary phosphine.



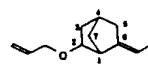
I



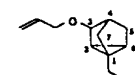
II



III



IV



V

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-53211

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)3月17日

A 61 K 7/13

7417-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 染毛剤

⑯ 特 願 昭59-174523

⑰ 出 願 昭59(1984)8月21日

⑱ 発 明 者 金 山 博 小田原市寿町5丁目12番13号 今井アパート309号

⑲ 発 明 者 南 野 博 美 小田原市蓮正寺470番地の200

⑳ 発 明 者 乾 全 良 神奈川県中郡大磯町大磯1161番地の8

㉑ 出 願 人 鐘 紡 株 式 会 社 東京都墨田区墨田5丁目17番4号

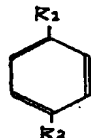
明 細 書

1. 発明の名称

染 毛 剤

2. 特許請求の範囲

(1) 下記一般式



(式中で、R₁は水素原子、メチル基またはメトキシ基、R₂は -CH₂OH基、-CH₂CH₂OH基、 $\begin{smallmatrix} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{C}-\text{OH} \end{smallmatrix}$ 基、 $\begin{smallmatrix} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH} \end{smallmatrix}$ 基、

$\begin{smallmatrix} \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 \\ | & & | & & | \\ -\text{C}-\text{OH} & \text{基} & -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{OH} & \text{基} & -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{OH} & \text{基} \\ | & & & & \\ \text{CH}_3 & & & & \end{smallmatrix}$

-CH=CH-CH₂OH基または-OCH₂CH₂OH基を要す。)

で表わされる芳香族アルコールとキサンタンガムとヒドロキシエチルセルロースと酸性染料と酸と水を含有しており、そして、前記芳香族アルコールと水との重量比が8/97~80/

20であることを特徴とする染毛剤。

8. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、染色堅牢性に優れ、短時間にかつ均一に染毛し得る染毛剤に関する。

(従来技術)

従来、汎用されている酸性染毛剤は、施術時、アルカリ性下に過酸化水素を作用させるために、扱い方によっては毛髪損傷や一次皮膚刺激を示す危険性がある。このため酸性染料を用いた頭皮、頭髮に対して影響の少ない染毛剤が開発されてきた。しかしながら現在、市販されている酸性染料を使用した染毛剤は、染着性や洗髪時の染色堅牢性などが低い欠点があった。

従来、毛髪を酸性染料で染色する場合は、染毛が完了するまで約30~50分の長時間を必要としていた。この間、被施術者は、染液が周囲へ飛び散らないようにできるだけ不動静座の状態を保持しなければならない、その精神的、肉体的負担は、はかり知れないものがある。従って、頭髮染色の

所要時間を少しでも短縮できれば、被施術者にとって安楽これ以上のものはなく、その改良が必要者等をして広く要望されている。

尚、染毛所要時間を短縮する方法として、染毛処理温度を高くする方法（染毛する間、頭髮部をキャップ等により覆い、所要の染毛温度を永く保持すること。）や染毛促進剤（例えば、ステレングリコール）の添加併用が知られているが、前者の方法では非常に手間がかかり、しかも効果が少ない等で実用性に乏しく、又後者の方法では、未だ充分な効果が得られていない。

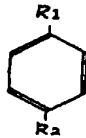
（発明の目的）

本発明の目的は、染色堅牢性に優れ、短時間に、かつ均一に染毛し得る染毛剤を提供することである。

（発明の構成）

すなわち、本発明は

下記一般式



ノール、フェノキシエタノールなどが挙げられる。前記芳香族アルコールの含有量（配合量）は、組成物全量に対して1.5～79.2重量％である。水との重量比は8/97～80/20であり、好ましくは5/95～60/40の範囲内である。

前記一般式で示される芳香族アルコールと水との重量比を前記の特定量以外で用いると、前記染毛完了時間は著るしく遅くなり、染色所要時間を短縮する事ができず、染色堅牢度も著るしく低下するため、好ましくない。

本発明で使用するキサンタンガムは、D-グルコース、D-マンノース、D-グルクロン酸から成る多糖類で、その構成比は一般に2.8：2：2であり、一部アセチル比（約4.7％）されており、約8％のビルビン酸を含み、分子量は10⁴以上といわれている。例えば、米国KELCO社からケルトロール（KELTROL）という商品名で市販されている。

キサンタンガムの含有量（配合量）は組成物全量に対して0.5～8.5重量％であり、好ましくは

（式中で、R₁は水素原子、メチル基またはメトキシ基、R₂は-CH₂OH基、-CH₂CH₂OH基、

$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{CH}-\text{OH} \end{array}$ 基、 $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH} \end{array}$ 基、 $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{C}-\text{OH} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ 基、 $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{CH}_2-\text{CHOH} \end{array}$ 基、 $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{OH} \end{array}$ 基、

-CH=CHCH₂OH基または-OCH₂CH₂OH基を表わす。）

で表わされる芳香族アルコールとキサンタンガムとヒドロキシエチルセルロースと酸性染料と酸と水を含含有しており、そして、前記芳香族アルコールと水との重量比が8/97～80/20であることを特徴とする染毛剤である。

（構成の具体的な説明）

本発明で使用する前記一般式で示される芳香族アルコールとしては、例えばベンジルアルコール、フェネチルアルコール、 α -フェニルプロピルアルコール、桂皮アルコール、アニスアルコール、*p*-メチルベンジルアルコール、 α - α -ジメチルフェネチルアルコール、 α -フェニルエタ

1.0～2.0重量％である。

本発明に使用するヒドロキシエチルセルロースは、セルロースに酸化エチレンを反応させて得られる。

ヒドロキシエチルセルロースの含有量（配合量）は、組成物全量に対して、0.1～8.0重量％であり、好ましくは0.5～1.0重量％である。

本発明で使用する酸性染料は、タール色素であり、化学構造から大別すると、ニトロ染料、アゾ染料、ニトロソ染料、トリフェニルメタン染料、キサンテン染料、キノリン染料、アントラキノン染料、インジゴイド染料などが挙げられる。

酸性染料の含有量（配合量）は、組成物全量に対して通常0.01～2.0重量％である。

本発明のPH調整に使用する酸としては、例えば酒石酸、酢酸、クエン酸、塩酸等の有機酸及びリン酸、塩酸等の無機酸などが挙げられるが、特にこれらに限るものではない。酸の含有量（配合量）は、組成物のPHが1.2～4.0に調整するにたる必要量である。

本発明に使用する水の含有量は、組成物全量に対して10.0～97重量%である。

また、本発明の染毛剤は、系の安定性、PH値を損わない範囲であれば、上記の必須成分の他に防腐剤、キレート剤、香料などを配合する事も可能である。

(発明の効果)

上記の如く、本発明の染毛剤は毛髪を短時間であつ均一に染着して、染色所要時間を短縮し、しかも、染色堅牢度を向上し得るものであり、その作用効果は著るしく、商品価値は極めて高い。

(実施例)

以下実施例によって、本発明を更に詳細に説明する。尚、実施例に示した部とは重量部を、とは重量%を意味する。

実施例に示した染毛完了時間(染着速度)、染毛状態、染色堅牢度の試験法は下記の通りである。

(1)染色完了時間(染着速度)

毛束(白色毛髪の束)2gを、試料染液(80℃)の中に浸漬して、該染液を毛髪に含浸し

これを1回として、20回繰り返した後、次式にて洗髪試験後の褪色率を求めた。

$$\text{褪色率(\%)} = \left(1 - \frac{\text{洗髪試験後の毛髪と白髪との色差}}{\text{洗髪試験前の毛髪と白髪との色差}}\right) \times 100$$

褪色率20%までを「良好」、21～50%未満を「不良」、50%以上を「著るしく不良」として表わした。



した後、80℃の恒温室内に放置し、所定時間毎に取出して、水洗し、風乾する。この染毛束について高速色差計(村上色材工業)を用いて測色を行ない、染毛束のX、Y、Z値をハンター(Hunter)のLab表色系へ変換し、染色前の白毛束との色差を測定し、色差がほぼ一定となった時点(色差の変曲点)を染毛完了時間とした。表示した数値の小さい程(染色完了時間(分)の短い程)、毛髪の染色速度が早いことを意味する。

(2)染色状態

専門検査員8人によって、染色した毛髪の色相を肉眼観察すると共に均染状態(むら染めの有無)および発色状態(正常に発色しているかどうか)を観た。

(3)染色堅牢性(洗髪堅牢性)

前記(1)の染色完了時間試験のところで得られた染色した毛髪をラウリル硫酸ナトリウムの5%水溶液(80℃)の中に浸漬して、10回の手もみ洗いを行なった後、水洗し、風乾した。

実施例 1

キサンタンガム0.5部、ヒドロキシエチルセルロース1.0部、及び水71部を均一に溶解し、この溶液の中にベンジルアルコール22部、酸性染料の紫色401号(C. I. No. 60730)1.0部、クエン酸4.5部を添加して、均一に攪拌混合して青色系の染毛剤を調整した。得られた染毛剤のPHは8.8であった。

この染毛剤を使用して染着性、染色堅牢性などの諸試験について評価した。その結果、染毛完了時間は5分で、染着速度は極めて早く、毛髪は青色(正常の色調)に均一に染色されていた。堅牢性試験後も濃色を呈し、かつ正常の色調を保ち、染色堅牢性は良好であった。



比較例 1

ヒドロキシエチルセルロースを使用しない他は、実施例1と同様に行なって比較の染毛剤を調整した。

この染毛剤を使用して染着性、染色堅牢性などの諸試験について評価した。その結果、染毛完了時間は10分で、染着速度は早く、毛髪は青色(正常の色調)に均一に染色されていた。堅牢性試験後も淡色を呈し、かつ正常の色調を保ち、染色堅牢性は良好であった。

以下自由

比較例 2

キサンタンガムを使用しない他は、実施例1と同様に行なって、比較の染毛剤を調整した。

この染毛剤を使用して前記の諸試験を行なった結果、染毛完了時間は80分で染着速度は遅かった。毛髪は略々均一に、かつ青色に染色されていたが、堅牢性試験後に褐色を認め、堅牢性は不良であった。

又、この染毛剤の長期保存品(35℃、6ヵ月)は、さらに著るしく染色性、堅牢性が低下した。

以下自由

実施例 2

ベンジルアルコールと水の総量は一定としたまま、比率を第1表の如く、種々変化させる他は実施例1と同様に行ない、その結果を第1表に示した。

第 1 表

ベンジルアルコール/水の比率	染毛完了時間(分)	染毛状態	堅牢度
1/99	80	殆んど均染・正常発色	不良
3/97	9	均染・"	良好
5/95	5	"・"	"
10/90	5	"・"	"
30/70	5	"・"	"
60/40	5	"・"	"
80/20	15	"・"	"
90/10	50	不均一に染着	著るしく不良

実施例 3

キサンタンガム0.5部、ヒドロキシエチルセルロース0.5部とエデト酸ニナトリウム0.5部及び水80部を均一に溶解し、この溶液の中にフェニルアルコール10.8部、酸性染料の橙色205号(C. I. No. 15510)0.9部、酸性染料の紫色401号(C. I. No. 60730)0.8部、コハク酸7部を添加して、均一に攪拌混合して赤褐色系の染毛剤を調製した。

得られた染毛剤のPHは8.1であった。

この染毛剤を使用して染着性、染色堅牢性などの諸試験について評価した。その結果、染毛完了時間は5分で、染着速度は極めて早く、毛髪は赤褐色(正常の色調)に均一に染色されていた。堅牢性試験後も淡色を呈し、かつ正常の色調を保ち、染色堅牢性は良好であった。

実施例 4

キサンタンガム1.0部、ヒドロキシエチルセルロース0.55部及び水75.2部を均一に溶解し、

この溶液の中にアニスアルコール19.7部、酸性染料の褐色201号(C. I. No. 20170)0.4部、酸性染料の黄色4号(C. I. No. 19140)0.8部、酸性染料の黒色401号(C. I. No. 20470)を0.05部、リン酸2.5部及び香料0.8部を添加して均一に攪拌混合して本発明の黒色系の染毛剤を調整した。得られた染毛剤のPHは約2.1であった。

この染毛剤を使用して染着性、染色堅牢性などの諸試験について評価した。その結果、染毛完了時間は5分で、染着速度は極めて早く、毛髪は黒色(正常の色調)に均一に染色されていた。堅牢性試験後も染色を呈し、かつ正常の色調を保ち、染色堅牢性は良好であった。



比較例 5

ベンジルアルコールの代りにステレングリコールを使用する他は、実施例1と同様に行なって、比較の染毛剤を調整した。

この染毛剤を使用して前記の諸試験を行なった結果、染毛完了時間は30分で染着速度は遅かった。毛髪は略々均一に、かつ青色に染色されていたが、堅牢性試験後に褪色を認め、堅牢性は不良であった。

特許出願人 鐘 紡 株 式 会 社



比較例 8

キサンタンガムの代りにカルボキシメチルセルロースを使用する他は、実施例1と同様に行なって比較の染毛剤を調整した。

この染毛剤を使用して前記の諸試験を行なった結果、染毛完了時間は40分で染着速度は遅かった。毛髪は略々均一に、かつ青色に染色されていたが、堅牢性試験後の褪色は著るしく、堅牢性は不良であった。

比較例 4

ベンジルアルコールの代りにエタノールを使用する他は、実施例1と同様に行なって比較の染毛剤を調整した。

この染毛剤を使用して前記の諸試験を行なった結果、染毛完了時間は50分で染着速度は遅かった。毛髪は略々均一に、かつ青色に染色されていたが、堅牢性試験後の褪色は著るしく、堅牢性は著るしく不良であった。